

# BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-25180

(43) 公開日 平成9年(1997)1月28日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 38/00	3 0 4		C 0 4 B 38/00	3 0 4 Z
B 0 1 D 29/00			B 0 1 D 29/00	Z
39/00			39/00	B
39/20			39/20	D
46/00	3 0 2		46/00	3 0 2
審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平7-177290

(22) 出願日 平成7年(1995)7月13日

(71) 出願人 000003296

電気化学工業株式会社

東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

(72) 発明者 西村 浩二

福岡県大牟田市新開町1番地 電気化学工業株式会社大牟田工場内

(72) 発明者 今村 保男

福岡県大牟田市新開町1番地 電気化学工業株式会社大牟田工場内

(54) 【発明の名称】 セラミックハニカム構造体端面の目封じ方法

(57) 【要約】

【目的】 セラミックハニカム構造体端面を緊密にかつ容易に目封じする方法を提供する。

【構成】 目封じしない貫通孔端部の壁内面に、封止材スラリーの溶媒に溶解せず、かつ加熱により燃焼または分解する物質の膜を形成した後に、このセラミックハニカムの端面を封止材スラリー中にデッピングして目封じ材を導入することにより、所定の貫通孔を封止する方法である。膜が形成された貫通孔には、封止材が着肉しないので、貫通孔のみを容易に封止材で目封じすることができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 セラミックハニカム構造体の端面のうち所定の貫通孔を目封じする方法において、目封じしない貫通孔端部の壁内面に、封止材スラリーの溶媒に溶解せず、かつ加熱により燃焼または分解する物質の膜を形成した後に、このセラミックハニカムの端面を封止材スラリー中にディッピングして貫通孔に目封じ材を導入することにより、所定の貫通孔を封止するセラミックハニカム構造体端面の目封じ方法。

【請求項2】 貫通孔端部の壁内面に塗布する物質が、10天然ワックス、合成ワックスのワックス、グリース、動植物性のオイル、潤滑オイルのうち一種以上からなることを特徴とする請求項1に記載のセラミックハニカム構造体端面の目封じ方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ハニカム構造を有するセラミックハニカム構造体端面の複数の貫通孔のうち、所定の貫通孔を容易に目封じする方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 現在、自動車や家電等の分野において、ハニカム構造を有するセラミックハニカム構造体（以下、ハニカムともいう）が広く用いられており、特に自動車分野においてはディーゼルエンジンから排出される微粒子を捕集するディーゼル・パティキュレート・フィルターとして好適に使用されている。一般にこのようなハニカムフィルターは、排ガスの進行方向に平行な複数の貫通孔を有しており、一方の端面の貫通孔を一つ置きに目封じして（以下、目封じ又は封止という）市松模様状に封止すると共に、他端面において残りの貫通孔を封止することで貫通孔のどちらか一方の端面が交互に封止された構造となっている。

【0003】 このようなセラミックハニカム構造体の製造方法としては、例えばコーディエライト、ムライト、アルミナ、炭化珪素等のセラミック粉末と有機バインダー成分及び分散溶媒として水からなる混合原料を押出成形等によりハニカム形状に成形した後、乾燥して水分を除去し成形体を作製し、この成形体の両方の端面を封止した後に焼成することで製造している。

【0004】 このためセラミックハニカム構造体の端面の封止方法がいろいろ提案されており、例えば特開昭57-7215号公報に開示されている、ハニカム構造体端面にフィルム等を貼り付けた後に選択的に封止する貫通孔にあたる部分に穴を開け、あるいは予め穴の開いたフィルム等をハニカム端面に貼り付けて、スラリーもしくはペースト状に調整した封止材料をこの穴を通して貫通孔内に導入することで端面を封止する方法が知られている。

【0005】 ところが、このようにフィルム等で目封じしない貫通孔をマスクした後に封止材を導入する方法で

は次のような問題を生じていた。まず、この方法においては、フィルムの目封じする部分のみに穴を開けなければならないため、または予め穴を開けたフィルムをハニカムの封止部にあわせて精度よく緊密に貼り合わせなければならないために、これらの工程に多くの労を要することになる。また封止材料を導入する際にフィルムが破損したり、貫通孔との間にずれを生じるために、封止しない貫通孔の一部に封止材料が流出して、これらの修正に多大な時間を必要とする。さらに、多くの場合フィルムに形成した穴の大きさは貫通孔部の面積よりも小さくなるために、封止材の粘度を厳密に調整することが必要な上に、封止した貫通孔の隅部やフィルムと貫通孔の間に隙間を生成しやすいために目封じ漏れを生じる等の問題があった。

【0006】 また、別の目封じ方法として、特開平5-137923号公報には、ハニカムの開口端面を封止材ペーストにより全て目封じした後に、封止しない部分に穴の開いたマスクを密着して、このマスクを通してサンドブラスト処理することにより、封止しない貫通孔のペーストを除去することで所定の貫通孔を封止したハニカム構造体を作製する方法が開示されている。

【0007】 しかし、この方法においては端面全体を目封じするために余分な封止材を必要とすることになる。また、サンドブラスト処理する工程に、多大な時間や付帯設備等を要するために生産性の面において問題があった。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、以上の状況に対処してなされたもので、本発明の目的とするところは、ハニカム構造を有するセラミックハニカム構造体端面の複数の貫通孔のうち、所定の貫通孔を信頼性高く容易に目封じする方法を提供することである。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 すなわち本発明は、セラミックハニカム構造体の端面の所定の貫通孔を目封じする方法において、ハニカム端面の貫通孔のうち目封じしない貫通孔端部の壁内面に、封止材スラリーの溶媒に溶解せず、かつ加熱により燃焼または分解する物質の膜を形成した後に、このセラミックハニカムの端面を封止材スラリー中にディッピングして貫通孔に封止材を導入することにより、所定の貫通孔を封止することを特徴とするセラミックハニカム構造体端面の目封じ方法である。

【0010】 以下、本発明を更に詳細に説明する。本発明において、目封じするセラミックハニカム構造体の材質としては特に制約はなく、例えばコーディエライト、ムライト、アルミナ、ジルコニア、炭化珪素、窒化珪素等の物質及びこれらの数種の複合材を用いることができる。これらのセラミック原料粉末に有機バインダー及び水等の分散媒を加えてハニカム構造を有する成形体を作

製する。このセラミックハニカム成形体の成形方法としては、押出成形、シート成形、プレス成形等の方法が可能であるが、通常押出成形を用いるのが好ましい。成形体の外形状及び貫通孔の形状は丸形、あるいは四角形や六角形等の多角形状の何れでも構わない。本発明による目封じされたセラミックハニカム構造体は、乾燥したセラミックハニカム構造体について目封じ工程を実施した後、焼成することにより焼結されるものである。

【0011】本発明における最初の工程は、ハニカム端面の目封じしない貫通孔端部の壁内面に、封止材スラリーの溶媒に溶解せず、かつ加熱により燃焼または分解する物質の膜を形成する工程である。この膜は、目封じしない貫通孔端部の壁内面に形成されることにより、次工程で封止材スラリー中にディッピングする際に、貫通孔壁内面にスラリーが着肉固化することを防止する膜として作用する。ここで膜を形成する物質（膜形成物質）としては、封止材スラリーの溶媒に溶解しない物質で、かつ焼成工程において燃焼または分解する物質であることが必要である。このような物質として、例えば、みつろうやライスワックス等の動植物性系ワックス、流動パラフィン等の石油系ワックスや合成ワックス系の物質、グリース類、大豆油やナタネ油等の動植物性オイル、石油系潤滑オイル、合成潤滑オイル等の油剤物質など、その他貫通孔の内面に安定な膜を形成することのできる粘性を有するものであれば何れでも使用することができる。これらの物質のうち一種以上からなるものであればよい。

【0012】具体的には、ワックス系物質やグリース類等の半固体状あるいは高粘性の物質を用いるのが好ましい。この理由としては、貫通孔を形成するハニカム隔壁の壁内面の表層部においては乾燥過程での脱水による空隙部を生成しているため、低粘性の物質を用いた場合、この空隙部に容易に浸透してしまい、スラリーの着肉固化を防止する安定な膜を形成できない恐れが大きいからである。また、膜を形成する物質は封止材スラリーの溶媒に溶解しない物質であることが必要である。この理由としては、例えば膜形成物質に封止材スラリーの溶媒に溶解する物質を用いた場合は、ディッピングしたときに封止材スラリーの溶媒に容易に溶出してしまい、着肉固化を防止する膜としての効果が十分に得られないためである。本発明では、このような用途に用いられるスラリーの多くが水を分散媒とするために非水溶性の物質を使用するのが好ましいが、スラリーの着肉固化を防止する膜として作用する物質ならばその他でもよく、例えば有機溶剤を分散媒とする封止材スラリーにおいては、その有機溶媒には溶解しない水溶性の物質を塗布することが可能である。また本発明における膜は、焼成工程において、成形体中の有機バインダー成分と同様に燃焼、分解されるために、焼結体においては何等影響を及ぼすことはない。

【0013】膜を形成する方法としては、貫通孔端部の壁内面に安定な膜を形成できる方法であれば何れの方法を用いてもかまわないが、例えば、筆や刷毛等を用いて塗布する方法、目封じしない貫通孔にあたる部分に予め穴部を設けたマスク等の上からスプレー等により噴霧する方法、あるいは目封じしない貫通孔にあたる部分に凸部を有する治具を用いて、予めこの凸部分に前記膜形成物質を塗布した後に成形体端部に密着することで貫通孔の内面に膜を形成する方法等を利用することができる。

【0014】また、その他の方法として、加熱手段により容易に熔融して流動化するろう等物質を用いて膜を生成することも可能である。このような物質を使用する方法として一例をあげると、金属やセラミック性等の耐熱性を有するプレート状もしくはシート状の部材上にハニカムを一端面が密着するように設置した後、上方の他端面から目封じしない貫通孔内に微粉碎したろうを投入し、振動を与えることで下端面に落下させる。その後熱風やヒーター等の手段により、この板材を加熱することでろうを貫通孔内で熔融して貫通孔の壁内面に付着させることで膜を形成することができる。また、この時に成形体を回転して遠心力を加えると、熔融したろうが貫通孔の壁内面に密着性高く付着することができるのでより好ましい。次いで冷却後に圧縮空気等で貫通孔内に残留した余分なろうを除去することで、貫通孔の壁内面に膜を形成することができる。

【0015】次の工程は、このセラミックハニカム成形体の端面部を封止材スラリー中にディッピングして貫通孔に封止材を導入する工程である。これより、封止材スラリーは端面の全ての貫通孔に導入されるが、所定のディッピング時間の経過後、端面部をスラリー中から引き上げる際に、前記膜を形成した貫通孔内に導入された封止材は、スラリー中に戻されることになる。すなわち封止材スラリーは、前記膜形成物質を塗布していない貫通孔のみに着肉固化されるために、所定の貫通孔が封止された端面部を形成する。封止材スラリーの粘度としては、目封じする貫通孔の形状に合わせて選択されるが、通常、50～1500cpsの範囲内であることが好ましい。また封止材スラリーの成分としては、焼成工程において封止部に熱膨張差によるクラックや亀裂等を生成しないものなら何れでもかまわないが、通常、ハニカムを構成するセラミック粉末と同じもの、あるいはこれを主成分とする封止材を用いる。また、本発明で使用するスラリーは必要に応じて結合剤や分散剤を添加してもよい。以下、他端面においても同様の工程をおこなうことにより、所定の貫通孔を目封じしたセラミックハニカム構造体が得られる。

【0016】すなわち本発明は、目封じしない貫通孔の壁内面に封止材スラリーの着肉固化を防止する膜を形成した後に、スラリー中にディッピングすることより、所

定の貫通孔のみに封止材を充填することが可能となる。本方法においては、フィルム等のマスクを用いないために、端面に貼り合わせたり、穴部を形成する等の余分な工程を必要としなくなる。また、開口した貫通孔より封止材を直接導入することができるために、緊密な封止部を容易に形成することができる。更に、高価なフィルムや大がかりな付帯設備を必要としないために生産性の面においても優れており、セラミックハニカム構造体の端面の目封じ方法として好適に使用することができる。

【0017】

10

【実施例】以下に、本発明の方法を用いてセラミックハニカム構造体の開口端面を目封じした実施例を比較例と対比して具体的に説明するが、本発明の方法はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0018】（実施例1～3）平均粒径 $10\mu\text{m}$ の $\alpha$ 型炭化珪素粉末（屋久島電工製）100重量部にバインダーとしてメチルセルロース15重量部、水25重量部、ステアリン酸エマルジョン2重量部を配合し、ヘンシェル型ミキサーで均一に混合した後、オーガー型真空押出機を用いてハニカム構造を有するセラミック成形体を成形した。この成形体の端面は $100\times 100\text{mm}$ 、長さ $150\text{mm}$ 、セル壁の厚さ $0.43\text{mm}$ 、セルピッチ $2.54\text{mm}$ 、セル密度100セル/平方インチである。

【0019】得られたセラミックハニカム成形体を乾燥後、表1に示す物質を目封じしない貫通孔の壁内面に筆を用いて端面より深さ $10\text{mm}$ にわたって塗布した。次に平均粒径が $3\mu\text{m}$ の $\alpha$ 型炭化珪素粉末（屋久島電工製）100重量部にメチルセルロース3重量部、水30重量部、分散剤としてトリメチルアミン1重量部を配合したもの原料として、粘度 $400\text{cps}$ に調整した封止材スラリーを作製した。ついで、この封止材スラリー中にセラミックハニカム成形体の端面を3分間浸漬した後、スラリーから引き上げることによって、前記物質を塗布していない貫通孔に深さ $5\text{mm}$ にわたって封止材を着肉固化させて端面の目封じを行った。以下、同様の手順によりセラミックハニカム構造体のもう一方の端面を目封じして、両端面が交互に封止された成形体を作製した。ついで、 $50^\circ\text{C}$ で3時間の熱風乾燥を処理した後、 $600^\circ\text{C}$ で1時間の脱脂工程を行い、更に不活性 $\text{N}_2$ 雰囲気中 $2100^\circ\text{C}$ で2時間の焼成を実施することで、ハニカム構造を有するセラミック成形体を焼結させるとともに目封じ部の焼結をおこなった。

【0020】以上のようにして作製したセラミックハニカム焼結体に関して、端面部の目封じ状態の調査を実施した。調査方法は、目視により目封じしない貫通孔への

スラリー流出の有無を、貫通孔に対して平行に光線を通して光漏れを調べることにより目封じ部の隙間の有無を調査した。調査結果を表1に示す。

【0021】（比較例1～3）実施例で使用した物質を塗布するかわりに、表1中の比較例に示す物質を塗布すること以外は実施例と同様にして、端面を目封じした後、焼結して得られたセラミックハニカム構造体を作製した。

【0022】（比較例4）目封じしない貫通孔の壁内面に膜形成物質を塗布する工程をおこなわずに、実施例と同様にして、端面を目封じしたハニカム構造を有する焼結体を作製した。

【0023】

【表1】

	目封じする貫通孔 内面に塗布する物質	目封じ状態の 評価結果
実施例1	グリース	○
実施例2	ポリインク	○
実施例3	みつろう	○
実施例4	ナタネ油	○
比較例1	メタノール	×
比較例2	エタノール	×
比較例3	アセトン	×
比較例4	—	×

【0024】表1の結果から明らかなように比較例1～4においては、貫通孔の壁内面に塗布した膜形成物質が壁内部に浸透してスラリーの着肉固化を防止する膜として作用できないために、目封じしない貫通孔にもスラリーが流入し付着していたのに対して、実施例1～4においては目封じする貫通孔のみに封止材スラリーが充填された端面が形成されていた。また、封止部に隙間等の生成は認められず、端面を緊密に目封じしていることが確認された。

【0025】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の目封じ方法によればフィルムやマスク等を用いないために、端面に貼り合わせたり、穴部を形成する等の余分な工程を必要としなくなる。また、開口した貫通孔より封止材を直接導入することができるために、緊密な封止部を容易に形成することができる。更に、高価なフィルムや大がかりな付帯設備を必要としないために生産性の面においても優れており、セラミックハニカム構造体の端面の目封じ方法として好適に使用されるものである。

(5)

特開平 9 - 2 5 1 8 0

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

B 3 2 B 3/12

識別記号

序内整理番号

F I

B 3 2 B 3/12

技術表示箇所

Z